



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 44 06 685 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁵:
B 01 J 2/00
B 01 J 2/16
G 05 D 7/00

②1 Aktenzeichen: P 44 06 685.6
②2 Anmeldetag: 1. 3. 94
④3 Offenlegungstag: 15. 9. 94

DE 44 06 685 A 1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
10.03.93 JP 5-48831

⑦1 Anmelder:
Freund Industrial Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

⑦4 Vertreter:
Berendt, T., Dipl.-Chem. Dr.; Leyh, H., Dipl.-Ing.
Dr.-Ing.; Hering, H., Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 81667
München

⑦2 Erfinder:
Morino, Jiro, Tokio/Tokyo, JP; Myo, Nagayoshi,
Tokio/Tokyo, JP; Kurita, Kaoru, Tokio/Tokyo, JP;
Shichijo, Isaku, Tokio/Tokyo, JP

⑤4 Verfahren und Vorrichtung zum Granulieren und hierdurch erhaltenes granuliertes Erzeugnis

⑤7 Es werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Granulieren und Überziehen angegeben, bei denen eine rotierende Scheibe, welche an einem Bodenteil eines Granulierbehälters vorgesehen ist, in Drehung versetzt wird, um die Teilchen zentrifugal auf der rotierenden Scheibe durcheinander zu werfen und zugleich Pulvermaterial und eine Bindemittelflüssigkeit in den Granulierbehälter eingespeist werden. Eine Lage einer Oberfläche einer Teilchenlage im Granulierbehälter wird mit Hilfe eines Sensors erfaßt, um automatisch die Position einer Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung einer Sprühdüse nach Maßgabe des Detektionssignals einzustellen, welches Informationen hinsichtlich einer Veränderung der Lage der Oberfläche der Teilchenlage enthält.

DE 44 06 685 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 07. 94 408 037/544

11/35

Die Erfindung bezieht sich auf die Granulierteknik, und insbesondere befaßt sich die Erfindung mit einem Verfahren und einer Vorrichtung zum Herstellen von sphärischen Teilchen, welche als Pharmazeutika, Nahrungsmittel und dergleichen zum Einsatz kommen. Auch bezieht sich die Erfindung auf ein Verfahren zum Überziehen dieser sphärischen Teilchen als Kerne bzw. Keime mit Pulver, sowie auf granulierten Erzeugnisse, die man bei diesen Verfahrensweisen und unter Einsatz der Vorrichtung erhält.

Unter den Verfahren zum Herstellen von sphärischen oder nahezu sphärischen Teilchen und ferner zum Haftenden Aufbringen eines Pulvers, wie eines pharmazeutischen Pulvers, auf den Teilchen, d. h. z. im Vornehmen einer sogenannten "Pulverbeschichtung" gibt es ein Verfahren (1), bei dem Pulver in einem Granulierbehälter eingebracht wird, welcher eine ebene, oder schalenförmige, rotierende Scheibe am Boden hiervon hat, und bei dem ein Bindemittel aufgesprüht wird, um das Pulver selbst zum Haften zu bringen, oder bei dem ferner das Pulver hierüber gestreut wird, und ein Verfahren (2), bei dem die Teilchen als Kerne oder Keime (Nuclei) in einen Granulierbehälter eingebracht werden, und Pulver und eine Bindemittelflüssigkeit dem Behälter zugeführt werden, um zu erreichen, daß das Pulver auf der Oberfläche der Kerne haftet, so daß man hierdurch Körnchen mit einer gewünschten Gestalt erhält.

Um bei jedem der vorstehend beschriebenen Granulierverfahren granulierten Erzeugnisse mit sphärischer oder nahezu sphärischer Gestalt zu erhalten, und eine gleichmäßige und dichte Schicht als Pulverüberzug zu bekommen, ist es erforderlich, daß die Teilchenschicht zentrifugal auf der rotierenden Scheibe der Granulierungsvorrichtung durcheinander geworfen werden, und hierzu sollte die Gesamtheit der Teilchen nicht in einem schwebenden, fluidisierten Zustand sein. In anderen Worten ausgedrückt bedeutet dies, daß bei dem Granulierverfahren mit der vorstehend beschriebenen Zielsetzung die Auslegung derart getroffen sein sollte, daß die Lage aus den Teilchen von der rotierenden Scheibe getragen wird.

Die Bindemittelflüssigkeit zum Granulieren und Überziehen, und das während des Betriebs zuzugebende Pulver werden diesen Teilchen zugeführt, welche von der rotierenden Scheibe gestützt werden. Die Bindemittelflüssigkeit wird im allgemeinen durch Versprühen über eine Düse zugegeben. In diesem Fall bilden sich, abgesehen von dem Zustand, bei dem die Raumdichte der besprühten Tropfen geeignet ist, an den Teilchen örtlich übermäßig feuchte Bereiche, und es ergeben sich Agglomerierungen, oder die Benetzung bzw. Befeuchtung ist so unzulänglich, daß die Teilchen und das Pulver nicht fest aneinander haften können, oder daß das Pulver selbst nicht fest haften kann.

Die Raumdichte der versprühten Tropfen wird mit zunehmendem Abstand zwischen der Zufuhröffnung (Sprühdüse) und der Oberfläche der Teilchenschicht kleiner, so daß es erforderlich ist, daß der Abstand innerhalb eines vorbestimmten Bereiches liegt.

Wenn der vorstehend beschriebene Abstand zu klein ist, macht die Oberfläche der Teilchenschicht einen Sprühluftstrahl turbulent, wodurch die Raumdichte der Tropfen nicht gleichmäßig wird, so daß Teilchen in Bereichen übermäßig befeuchtet, und in anderen Bereichen unzulänglich befeuchtet werden.

Wenn hingegen der vorstehend beschriebene Ab-

stand zu groß ist, dann nimmt die Geschwindigkeit der versprühten Tropfen ab, bevor sie die Teilchenschicht erreichen, und daher entweichen die Tropfen aus dem System aufgrund der Trocknungsluft oder Fluidisierungsluft, die Tropfen haften an der Wand der Vorrichtung und führen zu Störungen, und/oder ein Lösungsmittel wird aus den Tropfen verdampft, um sehr winzige Teilchen aus Bildemittelmateriale zu bilden (Staubbildungserscheinung). Es gibt einen geeigneten Bereich für den vorstehend beschriebenen Abstand, nicht nur im Hinblick auf die Erfordernisse der Produktqualität, sondern auch im Hinblick auf die Verfahrens- oder Betriebserfordernisse.

Wenn ferner bezüglich der Pulverzuführung die Zufuhröffnung für das Pulver zu nahe an der Oberfläche der Teilchen liegt, dann wird die Dichte des Pulvers örtlich übermäßig groß, so daß man keine gleichmäßigen Erzeugnisse erhalten kann, oder das Pulver zu Agglomerierungen führt. Wenn hingegen die Zufuhröffnung zu weit von der Oberfläche der Teilchenschicht oder der Teilchenlage entfernt ist, dann kann das Pulver an der Wand der Vorrichtung haften, oder das Pulver entweicht aus dem System aufgrund des Trocken- oder Fluidisierluftstroms. Aus diesen Gründen gibt es ebenfalls einen geeigneten Bereich für den Abstand zwischen der Pulverzufuhröffnung und der Oberfläche der Teilchenlage.

Beim Granulieren zu dem vorstehend beschriebenen Zweck wird die Menge des Inhalts in dem Granulierbehälter allmählich infolge der Zugabe des Pulvers und der Bindemittelflüssigkeit größer, und als Folge hiervon wird die Oberfläche der Teilchenlage allmählich mit dem Fortschreiten des Granulierens größer. Als Folge hiervon wird der Abstand zwischen der Oberfläche der Teilchenlage und der Pulverzufuhröffnung oder der Sprühdüse mit der Zeit kleiner, so daß der Abstand nicht innerhalb des geeigneten Bereiches während des gesamten Verfahrensablaufes zum Granulieren konstant gehalten werden kann.

Jedoch war diese Tatsache bisher nicht bekannt, gemäß der der Abstand zwischen der Zufuhröffnung für die zu versprühende Bindemittelflüssigkeit oder zwischen der Pulverzufuhröffnung und der Oberfläche der Teilchenlage eine bedeutende Einflußgröße für die Qualität der fertiggestellten granulierten Erzeugnisse darstellt.

Auf dem Gebiet der Granulierarbeit tätige Personen wußten experimentell, daß dann, wenn eine Position einer Sprühpistole während des Betriebs geändert wird, man ein zufriedenstellendes Ergebnis bei der Qualität des fertiggestellten Erzeugnisses, der Ausbeute und dergleichen, erreichen kann. Es wurde aber nicht erkannt, daß die vorstehend beschriebene Problematik einen Hauptgrund für das Auftreten von Störungen bei Verfahren zum Granulieren und Überziehen darstellt. Diese Problematik ist vielmehr bisher nicht näher erläutert worden, und die Erfinder haben erstmalig eine Klärung dieser Problematik herbeigeführt.

Als eine einfachste Verfahrensweise zur Überwindung der vorstehend beschriebenen Problematik kann eine Bedienungsperson die Position dieser Zufuhröffnungen derart überwachen und einstellen, daß der Abstand zwischen der Oberfläche der Teilchenlage und der Bindemittelflüssigkeit-Zufuhröffnung, oder ferner der Abstand zwischen der Oberfläche der Teilchenlage und der Pulverzufuhröffnung innerhalb eines geeigneten Bereiches ist, oder, wenn möglich, immer auf einem konstanten Wert eingestellt wird. Jedoch ist eine derartige

Verfahrensweise äußerst umständlich, macht viel Arbeit erforderlich, leidet an einer mangelnden Genauigkeit und sie ist ferner im Hinblick auf eine gute Herstellungspraxis (GMP) unerwünscht.

Es hat sich gezeigt, daß die Lage der Oberfläche der Teilchenlage mittels eines Sensors erfaßt werden kann, und daß nach Maßgabe des Feststellungsergebnisses die Positionen der Zufuhröffnungen für das Bindemittel und das Pulver automatisch innerhalb den geeigneten Bereichen eingestellt werden können.

Ein Granulierungsverfahren nach der Erfindung ist nach seiner Gattung ein solches nach (1) oder (2), welches in der Beschreibungseinleitung beschrieben ist, und es läßt sich dahingehend näher definieren, daß eine rotierende Scheibe vorhanden ist, welche einen Randteil hat, der konzentrisch zu einem Kreis eines horizontalen Querschnitts eines Granulierbehälters ist, und die an einem Bodenteil des Granulierbehälters vorgesehen ist, wobei die rotierende Scheibe eine Drehbewegung ausführt, während der Gas in den Granulierbehälter über einen Schlitz eingeführt wird, welcher zwischen einer inneren Wand des Granulierbehälters und dem Randteil der rotierenden Scheibe gebildet wird, bei welchem Verfahren ferner Pulver und eine Bindemittelflüssigkeit zugeführt werden, um ein Granulieren vorzunehmen, bei dem Teilchen oder Kerne oder Zwischenerzeugnisse zentrifugal fluidisiert werden, wobei das Granulierungsverfahren sich dadurch auszeichnet, daß:

die Lage der Oberfläche der Teilchenlage, welche von der rotierenden Scheibe getragen wird, mit Hilfe eines Sensors erfaßt wird, und die Position einer Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung automatisch nach Maßgabe eines Signales von dem Sensor eingestellt wird.

Eine Granulierungsvorrichtung nach der Erfindung weist folgendes auf:

einen Granulierbehälter, welcher eine kreisförmige Gestalt in einer horizontalen Schnittebene hat;
eine rotierende Scheibe, welche an einem Bodenteil des Granulierbehälters vorgesehen ist, und ein Randteil hat, welches konzentrisch zu dem Kreis des Querschnitts des Granulierbehälters ist;
eine Pulverzufuhreinrichtung zum Zuführen eines Pulvermaterials in den Granulierbehälter;
eine Bindemittelflüssigkeits-Zufuhreinrichtung zum Zuführen einer Bindemittelflüssigkeit in den Granulierbehälter;
einen Schlitz, welcher zwischen einer inneren Wand des Granulierbehälters und dem Randteil der rotierenden Scheibe gebildet wird;
eine Einrichtung zum Einbringen von Gas in den Granulierbehälter über den Schlitz; und
eine Einrichtung zum Drehen der rotierenden Scheibe; wobei die Vorrichtung ferner folgendes aufweist:
einen Sensor zum Detektieren einer Lage einer Oberfläche einer Teilchenlage als Kerne oder Zwischenerzeugnisse auf der rotierenden Scheibe; und
eine erste Positionseinstelleinrichtung zum automatischen Einstellen einer Position einer Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhreinrichtung.

Ferner werden die granulierten Erzeugnisse nach der Erfindung nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren zum Granulieren und unter Einsatz der Vorrichtung hierfür erhalten.

Beim Verfahren und der Vorrichtung zum Granulieren nach der Erfindung wird die Lage der Oberfläche der Teilchenlage auf der rotierenden Scheibe im Granulierbehälter mit Hilfe eines Sensors ermittelt, und die

Positionen der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung und/oder der Pulverzufuhröffnung werden automatisch nach Maßgabe des Ermittlungsergebnisses eingestellt, so daß die Positionen der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung und der Pulverzufuhröffnung innerhalb der geeignetsten Lage zur Oberfläche der Teilchenschicht zu jedem Zeitpunkt gewählt werden können, wodurch ermöglicht wird, daß sich das Granulieren und das Überziehen immer unabhängig von der Höhe der Teilchenlage stabil und zufriedenstellend durchführen lassen.

Weitere Einzelheiten, Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachstehenden Beschreibung einer bevorzugten Ausführungsform unter Bezugnahme auf die beigefügte Zeichnung, sowie an Hand von Beispielen. In der Zeichnung zeigt:

Fig. 1 eine Schnittansicht zur Verdeutlichung einer bevorzugten Ausführungsform einer Granulierungsvorrichtung, welche zur Durchführung des Granulierungsverfahrens nach der Erfindung eingesetzt wird.

Unter Bezugnahme auf die Zeichnung hat eine Granulierungsvorrichtung gemäß dieser bevorzugten Ausführungsform einen Aufbau einer Granulier-Überzieh-Vorrichtung der sogenannten zentrifugal fluidisierenden oder zentrifugal durcheinanderwerfenden Bauart.

Bei dieser Granulierungsvorrichtung hat ein Granulierbehälter 1 eine zylindrische Auslegung und ist in einer horizontalen Schnittebene kreisförmig ausgebildet.

Eine im allgemeinen planare, rotierende Scheibe 2 ist horizontal in einem Bodenteil des Granulierbehälters 1 vorgesehen und um eine Drehwelle 3 drehbeweglich. Ein Randteil 2a der rotierenden Scheibe 2 ist geringfügig hochgezogen und konzentrisch zu dem Kreis des Granulierbehälters 1 im Horizontalschnitt, und ein Ringschlitz 4 wird zwischen dem Wandteil 2a und der rotierenden Scheiben 2 und einer Innenwand des Granulierbehälters 1 gebildet.

Eine Luftkammer 5 wird unterhalb der rotierenden Scheibe 2 gebildet, Luft wird von einem Gebläse (nicht gezeigt) der Luftkammer 5 über einen Vorfilter 6 und eine Luftkonditioniereinrichtung 7 zugeführt, und die Luft wird dann in dem Granulierbehälter 1 als Schlitzluft über den Schlitz 4 abgegeben. Die Luftkonditioniereinrichtung 7 umfaßt einen Kühler 7a, eine Heizeinrichtung 7b, welche mit einer Temperaturreguleinrichtung versehen ist, und einen Befeuchter 7c.

Zum Einspeisen eines Pulvers 8 zum Granulieren in den Granulierbehälter 1 ist eine Pulverzufuhreinrichtung 9 in Form eines Schneckenförderers beispielsweise vorgesehen.

Um ferner eine Bindemittelflüssigkeit 10 zum Granulieren in den Granulierbehälter 1 einzuspeisen, ist eine Sprühdüse 13 im Granulierbehälter 1 vorgesehen. Die Sprühdüse 13 steht mit einem Behälter 11 für Bindemittelflüssigkeit 10 über eine Präzisionspumpe 12 in Verbindung, welche die Flüssigkeit mit einer konstanten Rate pumpen kann. Die Bindemittelflüssigkeit 10 von dem Behälter 11 wird über die Sprühdüse 13 zusammen mit Hochdruckluft ausgesprüht, welche der Sprühdüse 13 zugeführt wird.

Eine Erzeugnisaustrageeinrichtung 15 zum Austragen der granulierten Erzeugnisse ist in der Nähe des Bodenteils des Granulierbehälters 1 vorgesehen, während ein Deckel 16 an der Oberseite des Granulierbehälters 1 vorgesehen ist.

Ferner ist bei dieser bevorzugten Ausführungsform eine Programmsteuerung 17 zur Programmsteuerung der Pulverzufuhreinrichtung 9 und der Bindemittelflüs-

sigkeits-Zufuhreinrichtung, wie der Präzisionspumpe 12, vorgesehen, so daß das Pulver 8 und die Bindemittelflüssigkeit 10 auf eine derartige Weise zugeführt werden, daß ein Flüssigkeits/Feststoff-Verhältnis an den Oberflächen der Teilchen als Kerne einen Wert hat, welcher ein gegebenes Programm erfüllt, wobei man das Flüssigkeits/Feststoff-Verhältnis dadurch erhält, daß man unter Berücksichtigung der Feuchtigkeitswerte eine Ermittlung vornimmt, welche man beim Einspeisen in den Granulierbehälter 1 und beim Austragen aus demselben bei der Einspeisung der Luft in den Granulierbehälter 1 und beim Abgeben von dem Granulierbehälter 1 jeweils erhält.

Um ferner bei dieser bevorzugten Ausführungsform eine Oberfläche einer Teilchenlage M in dem Granulierbehälter 1 zu erfassen, ist ein Sensor 18 vorgesehen. Dieser Sensor 18 stellt eine Änderung der Lage der Oberfläche der Teilchenschicht M fest. Nach Maßgabe dieser Erfassung werden automatisch die Position der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung der Sprühdüse 13 und die Position einer Pulverzufuhröffnung 23 der Pulverzufuhreinrichtung 9 eingestellt und nachgestellt.

Hierzu ist der Sensor 18 mit einer Steuereinrichtung 19 verbunden, und die Steuereinrichtung 19 steuert betriebsmäßig eine Betätigungseinrichtung 20. Die Betätigungseinrichtung 20 wird von einem Luftzylinder, einem Hydraulikzylinder oder einem Motor beispielsweise gebildet, und ist mechanisch daher mit der Sprühdüse 13 über einen Arm 21 verbunden, wobei durch die automatische vertikale Bewegung des Arms 21 die Betätigungseinrichtung 20 als eine erste Positionseinstelleinrichtung zum Einhalten der Position der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung der Sprühdüse 13 innerhalb eines vorbestimmten Abstandes, beispielsweise immer auf einem konstanten Abstand, von der Oberfläche der Teilchenlage M wirkt.

Ferner ist bei dieser bevorzugten Ausführungsform die Betätigungseinrichtung 20 mechanisch starr mit einer Pulverzufuhröffnung 23 der Pulverzufuhreinrichtung 9 über den Arm 22 verbunden, und die Position der Pulverzufuhröffnung 23 in vertikaler Richtung wird hierdurch automatisch gesteuert. Hierzu ist ein Pulverzufuhrauslaßteil der Pulverzufuhreinrichtung 9 bei dieser bevorzugten Ausführungsform derart ausgebildet, daß es von einem flexiblen Teil 9a gebildet wird, welches an einem Zwischenabschnitt gekrümmt ist, und gekrümmt oder verlängert ausgebildet ist, um die vertikale Bewegung des Arms 22 mitzumachen, so daß die Position der Pulverzufuhröffnung 23 variabel gestaltet werden kann.

Nachstehend wird die Arbeitsweise dieser bevorzugten Ausführungsform näher erläutert. Zuerst werden beim Granulier- und Überzugsvorgang die Teilchen als Kerne in den Granulierbehälter 1 eingegeben. Dann wird die Drehwelle 3 über eine Antriebsquelle (nicht gezeigt) drehangetrieben, um die rotierende Scheibe 2 in Drehung zu versetzen, und Luft wird in den Granulierbehälter 1 von dem Gebläse (nicht gezeigt) über den Vorfilter 6, die Luftkonditioniereinrichtung 7, die Luftkammer 5 und den Schlitz 4 eingespeist, während das Pulver 8 von der Pulverzufuhreinrichtung 9 zugeführt wird, und die Bindemittelflüssigkeit 10 von dem Behälter 11 über die Sprühdüse 13 in den Granulierbehälter 1 eingespeist wird.

Mit diesen Vorgängen werden die Teilchen zentrifugal fluidisiert oder zentrifugal auf der rotierenden Scheibe durcheinandergeworfen, und das Granulieren und Überziehen mit dem Pulver 8 und der Bindemittel-

lüssigkeit 10 erfolgen hierbei.

Während dieses Verfahrensablaufs bei dieser bevorzugten Ausführungsform werden die Pulverzufuhreinrichtung 9 und die Bindemittelflüssigkeits-Zufuhreinrichtung, wie die Präzisionspumpe 12, durch die Programmsteuereinrichtung 17 gesteuert, um das Pulver 8 und die Bindemittelflüssigkeit 10 derart zuzuführen, daß das Flüssigkeits/Feststoffverhältnis an den Oberflächen der Teilchen als Kerne einen Wert hat, welcher mit dem gegebenen Programm übereinstimmt, wobei man das Flüssigkeits/Feststoffverhältnis durch Ermittlung dadurch erhält, daß man die Feuchtigkeitswerte berücksichtigt, welche man jeweils dadurch erhält, daß Luft in den Granulierbehälter 1 eingeleitet und aus dem Granulierbehälter 1 ausgeleitet wird. Bei dieser Auslegung kann man in der Granuliertvorrichtung gemäß dieser bevorzugten Ausführungsform zufriedenstellende granulierten Erzeugnisse erhalten, welche einen gleichmäßigen Teilchendurchmesser haben und das günstigste Verhältnis von Flüssigkeit zu Feststoff haben.

Ferner ist bei dieser bevorzugten Ausführungsform der Sensor 18 zum Erfassen der Position der Oberfläche der Teilchenlage M auf der rotierenden Scheibe 2 vorgesehen und erfaßt ein Ansteigen der Lage der Oberfläche der Teilchenschicht M, da die Größe der Teilchenlage größer wird, wenn das Pulvermaterial von der Pulverzufuhreinrichtung 9 zugeführt wird und die Bindemittelflüssigkeit 10 von der Sprühdüse 13 mit dem weiteren Fortgang des Granulier- und Überzugsverfahrens zugeführt wird.

Ein Detektionssignal von dem Sensor 18 wird an die Steuereinrichtung 19 abgegeben, und dann betreibt die Steuereinrichtung 19 die Betätigungseinrichtung 20. Wenn hierbei die Betätigungseinrichtung 20 beispielsweise ein Zylinder ist, wird eine Kolbenstange 20a eingefahren, d. h. sie führt eine Hubbewegung aus.

Als eine Folge hiervon wird die Sprühdüse 13, welche starr mit der Kolbenstange 20a über einen Arm 21 verbunden ist, entlang der Kolbenstange 20a angehoben. Der Hubabstand und die Geschwindigkeit werden in Übereinstimmung mit dem Hubabstand und der Geschwindigkeit der Lage der Oberfläche der Teilchenlage M gebracht, welche mit Hilfe des Sensors 18 erfaßt wird.

Als Folge hiervon wird der Abstand zwischen der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung der Sprühdüse 13 und der Oberfläche der Teilchenlage M immer im wesentlichen konstant gehalten, und die Bindemittelflüssigkeit 10, welche von der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung der Sprühdüse 13 ausgesprüht wird, erreicht die Oberfläche der Teilchenlage M unter im wesentlichen konstanten Verhältnissen, so daß sich immer ein gleichmäßiges Granulieren und Überziehen auf stabile Weise realisieren läßt.

Ferner ist bei dieser bevorzugten Ausführungsform die Kolbenstange 20a der Betätigungseinrichtung 20 starr mit der Pulverzufuhröffnung 23 der Pulverzufuhreinrichtung 9 über den Arm 22 verbunden, so daß das flexible Teil 9a verformt wird, wenn die Kolbenstange 20a hochgefahren wird, und die Pulverzufuhröffnung 23 wird um den gleichen Hubabstand mit der gleichen Geschwindigkeit wie die Kolbenstange 20a und die Sprühdüse 13 angehoben.

Folglich wird das Pulver von der Pulverzufuhröffnung 23 zu der Teilchenlage M unter im wesentlichen konstanten Positionsverhältnissen bezüglich der Teilchenlage M zugeführt.

Als ein Resultat sind die Verhältnisse beim Zuführen des Pulvers von der Pulverzufuhröffnung 23 im wesent-

lichen konstant, und es wird möglich, ein gleichmäßiges Granulieren und Überziehen vorzunehmen. Ferner werden, wie voranstehend beschrieben, die Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnungen der Sprühdüse 13 und die Pulverzufuhröffnung 23 synchron um den gleichen Abstand angehoben, wodurch die Verhältnisse sowohl für das Zuführen der Bindemittelflüssigkeit als auch des Pulvers zu der Teilchenlage M im wesentlichen konstant sind, so daß auf zufriedenstellende Weise sphärische Teilchen mit im wesentlichen einem gleichmäßigen Teilchendurchmesser immer erhalten werden, und sich das angestrebte Granulieren und Überziehen zuverlässig vornehmen lassen.

Beispiel 1

Als Kerne wurden 20 kg granulierter Zucker mit einem mittleren Teilchendurchmesser von 270 µm in eine Überzugsvorrichtung der zentrifugal fluidisierenden Bauart eingebracht (Warenzeichen CF-1300, hergestellt von Freund Industrial Co., Ltd.), an der ein Sensor 18, eine Betätigungseinrichtung 20, Arme 21, 22 und eine Programmsteuereinrichtung 17 vorgesehen waren, wie dies in Fig. 1 gezeigt ist. Die Arme 21, 22 verbinden eine Sprühdüse 13 und eine Pulverzufuhröffnung 23 jeweils mit einer Kolbenstange 20a der Betätigungseinrichtung 20. Während der Drehbewegung einer rotierenden Scheibe mit 80 l/min wurde Luft über den Schlitz zugeführt, welcher zwischen der Innenwand der Vorrichtung und dem Randteil der rotierenden Scheibe gebildet wird, pulverförmiger Zucker wurde über die Pulverzufuhreinrichtung abgegeben, und Zuckersirup mit 50 Gew.-% wurde aus der Sprühdüse ausgesprüht.

In diesem Fall wurde als in den Granulierbehälter abgegebene Luft die Luft von dem Gebläse durch den Kühler hinsichtlich der Feuchtigkeit verringert, und anschließend wurde sie auf eine Temperatur von $29 \pm 1^\circ\text{C}$ und eine Feuchtigkeit von $37,5 \pm 0,5\%$ eingestellt. Eine Luftzufuhr wurde, ausgehend von anfänglich $3,5 \text{ m}^3/\text{min}$ allmählich auf abschließend $4,5 \text{ m}^3/\text{min}$ größer gemacht.

Eine Zufuhr rate des Sirups wurde von anfänglich $150 \text{ ml}/\text{min}$ allmählich auf abschließend $300 \text{ ml}/\text{min}$ größer gemacht. Der pulverförmige Zucker wurde mit einer Rate zugeführt, die nach Maßgabe eines Programms ermittelt wurde, welches die Feuchtigkeitswerte der in den Granulierbehälter eingebrachten Luft und der aus dem Granulierbehälter abgegebenen Luft jeweils in einer solchen Weise berücksichtigt, daß das Flüssigkeits/Feststoff-Verhältnis konstant mit 0,20 aufrechterhalten wurde, und insgesamt wurden 118 kg an pulverförmigem Zucker in 80 Minuten zugeführt.

Bei diesem Beispiel wurde als Sensor ein Schwingungssensor eingesetzt, und wenn der Schwingungsausgang einen vorbestimmten Wert infolge des Kontakts mit der Teilchenschicht überschritten hat, war das Programm derart vorgegeben, daß der Sensor, die Sprühdüse und die Pulverzufuhröffnung um 2 cm angehoben wurden. Der Abstand zwischen der Oberfläche der Teilchenlage und der Sprühdüse wurde auf 10 cm eingestellt, und nach Maßgabe der voranstehend beschriebenen Vorgabebedingungen wurde der Sensor derart betrieben, daß er durch einen Schwingungsausgang aktiviert wird, welche erzeugt wird, wenn der Sensor in die Teilchenlage um etwa 2 cm eintauchte. Ferner war die Pulverzufuhröffnung derart ausgelegt, daß sie im wesentlichen die Oberfläche der Teilchenlage kontaktierte.

Bei diesem Verfahren erhielt man zufriedenstellende

sphärische Teilchen mit einem Teilchendurchmesser von 500 bis 710 µm bei einer Ausbeute von 92,2%.

Beispiel 2

Hierbei wurden die gleichen Betriebsbedingungen wie bei Beispiel 1 abgesehen davon eingesetzt, daß die Pulverzufuhröffnung auf 20 cm oberhalb der Oberfläche der Teilchenlage zum Zeitpunkt des Einbringens derselben eingestellt war.

Bei diesem Beispiel erhielt man zufriedenstellende sphärische Teilchen mit einem Teilchendurchmesser von 500 bis 710 µm bei einer Ausbeute von 89,3%.

Vergleichsbeispiel 1

Die Vorgänge wurden unter denselben Bedingungen wie im Beispiel 2 abgesehen davon durchgeführt, daß kein Schwingungssensor vorhanden war. Der Abstand zwischen der Sprühdüse und der Oberfläche der Teilchenlage zum Zeitpunkt des Einbringens derselben wurde auf 25 cm eingestellt, und die Sprühdüse war in dieser Position festgelegt.

In diesem Fall wurden viele Agglomerierungen in der Teilchenlage gebildet, und man erhielt Teilchen mit einem Teilchendurchmesser von 500 bis 710 µm bei einer Ausbeute von 65,5%.

Beispiel 3

Als Sensor wurde ein Verformungssensor eingesetzt, und es wurden die gleichen Arbeitsabläufe wie beim Beispiel 1 abgesehen davon ausgeführt, daß dann, wenn die Verformung einen vorbestimmten Wert für mehr als 30 Sekunden innerhalb einer Zeitperiode von einer Minute überschritten hatte, der Sensor, die Sprühdüse und die Pulverzufuhröffnung um 3 cm angehoben wurden.

Die Teilchen, die man bei diesem Beispiel 3 erhielt, waren sphärische Teilchen mit einem gleichmäßigen Teilchendurchmesser, und die Ausbeute belief sich auf 91,9%.

Beispiel 4

Die gleichen Betriebsbedingungen wie beim Beispiel 3 abgesehen davon wurden eingehalten, daß der Abstand von der Oberfläche der Teilchenlage derart eingestellt und vorgegeben war, daß die Verformung des Verformungssensors konstant ist.

Die bei diesem Beispiel 4 erhaltenen Teilchen waren ebenfalls sphärische Teilchen mit einem gleichmäßigen Durchmesser, und die Ausbeute belief sich auf 92,4%.

Zuvor wurde die Erfindung unter Bezugnahme auf bevorzugte Ausführungsformen und Beispiele näher erläutert. Die Erfindung ist jedoch auf diese bevorzugten Ausführungsformen und die Beispiele nicht beschränkt, und selbstverständlich sind zahlreiche Modifikationen möglich, ohne daß der Schutzzumfang der Erfindung verlassen wird.

Beispielsweise kann als ein Verfahren zum automatischen Einstellen der Position der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung und der Pulverzufuhröffnung gegebenenfalls ein Verfahren gewählt werden, bei dem der untere Grenzwert des Abstandes von der Oberfläche der Teilchenlage innerhalb eines geeigneten Bereiches vorgegeben wird, und daß dann, wenn der Abstand kleiner als dieser untere Grenzwert wird, die Zufuhröffnungen um einen gewissen Abstand angehoben werden,

welcher in gesonderter Weise bestimmt wird. Auch kann ein Verfahren zum Einstellen der Position der Zufuhröffnungen derart durchgeführt werden, daß immer ein vorbestimmter Abstand eingehalten wird. Auch kann irgendein anderes Verfahren hierfür zum Einsatz kommen. Ferner können die Arbeitsweisen, basierend auf der momentanen Lage der Oberfläche der Teilchenlage, oder basierend auf einem Mittelwert während einer vorbestimmten Zeitperiode durchgeführt und abgestimmt werden.

Ferner kann als ein Sensor gegebenenfalls ein optischer Sensor, ein elektrischer Sensor, ein Sensor unter Nutzung einer Ultraschallwelle oder dergleichen, oder ein mechanischer Sensor eingesetzt werden. Bevorzugte Sensoren sind jene, welche auf einem mechanischen Grundprinzip basieren und im Zusammenhang mit dem Kontakt der Teilchenlage stehen, wie zum Beispiel Sensoren, die Schwingungen, Verformungen, Belastungen oder dergleichen detektieren.

Als eine Granuliertvorrichtung wurde eine solche als bevorzugte Ausführungsform in Fig. 1 gezeigt, welche eine im allgemeinen planare rotierende Scheibe mit einem geringfügig erhabenen Randteil hat. Jedoch kann eine rotierende Scheibe mit einer schalenförmigen Gestalt oder eine solche eingesetzt werden, welche becherförmig ausgebildet ist und einen ebenen Boden und einen Randteil hat, welches wesentlich stärker hochgezogen ist.

Nachstehend sollen kurz die Effekte zusammengefaßt werden, die man bei typischen Ausführungsformen nach der offenbarten Erfindung erhält.

(1) Die Lage der Oberfläche der Teilchenlage wird erfaßt, um automatisch die Position der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung einzustellen, wodurch die Verhältnisse für das Zuführen der Bindemittelflüssigkeit zu der Teilchenlage im wesentlichen immer konstant gehalten werden, so daß die Granulier- und Überzugsvorgänge in stabiler Weise immer vorgenommen werden. Hierbei ist es möglich, daß man granulatförmige Erzeugnisse erhält, welche eine zufriedenstellende sphärische Gestalt und einen gleichmäßigen Teilchendurchmesser haben.

(2) Die Lage der Oberfläche der Teilchenlage wird erfaßt, um automatisch die Position der Pulverzufuhröffnung zu der Teilchenlage einzustellen, wobei die Verhältnisse zum Zuführen des Pulvers immer im wesentlichen konstant gehalten werden, und es ist möglich, granulatförmige Erzeugnisse zu erhalten, welche eine zufriedenstellende sphärische Gestalt und einen gleichmäßigen Teilchendurchmesser haben.

(3) Wenn die Position sowohl der Zufuhröffnung für die Bindemittelflüssigkeit als auch für das Pulver zu der Teilchenlage automatisch entsprechend der voranstehenden Beschreibung nach den Punkten (1) und (2) automatisch eingestellt und nachgestellt wird, lassen sich die Verhältnisse für das Zuführen der Bindemittelflüssigkeit und für das Zuführen des Pulvers immer im wesentlichen konstant halten, so daß man als kombinierte Wirkungsweise hierdurch granulatförmige Erzeugnisse erhält, welche eine zufriedenstellende sphärische Gestalt und einen gleichmäßigen Teilchendurchmesser haben.

1. Verfahren zum Granulieren, bei dem eine rotierende Scheibe, welche einen Randteil hat, welcher konzentrisch zu einem Kreis eines horizontalen Querschnitts eines Granulierbehälters ist, an einem Bodenteil des Granulierbehälters vorgesehen wird, die rotierende Scheibe eine Drehbewegung ausführt und zugleich Gas in den Granulierbehälter über einen Schlitz eingespeist wird, welcher zwischen einer Innenwand des Granulierbehälters und dem Randteil der rotierenden Scheibe gebildet wird, und bei dem Pulver und eine Bindemittelflüssigkeit eingespeist werden, um ein Granulieren vorzunehmen, während dem die Teilchen zentrifugal fluidisiert werden, dadurch gekennzeichnet, daß eine Lage einer Oberfläche einer Teilchenlage, welche von der rotierenden Scheibe gestützt wird, mit Hilfe eines Sensors erfaßt wird, und eine Position einer Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung automatisch nach Maßgabe eines Signales von dem Sensor verändert wird.

2. Verfahren zum Granulieren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Abstand zwischen der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhröffnung und der Oberfläche der Teilchenlage derart eingestellt wird, daß er im wesentlichen konstant ist.

3. Verfahren zum Granulieren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Position einer Pulverzufuhröffnung automatisch nach Maßgabe des Signals vom Sensor eingestellt wird.

4. Verfahren zum Granulieren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein Abstand zwischen der Pulverzufuhröffnung und der Oberfläche der Teilchenlage derart eingestellt wird, daß er im wesentlichen konstant ist.

5. Verfahren zum Granulieren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Sensor basierend auf einem mechanischen Arbeitsprinzip arbeitet.

6. Granuliertvorrichtung, gekennzeichnet durch: einen Granulierbehälter (1) mit einer kreisförmigen Gestalt mit einem horizontalen Querschnitt; eine rotierende Scheibe (2), welche an einem Bodenteil des Granulierbehälters (1) vorgesehen ist, und einen Randteil (2a) hat, welches konzentrisch zu einem Kreis des horizontalen Querschnitts des Granulierbehälters (1) ist; eine Pulverzufuhreinrichtung (9) zum Zuführen eines pulverförmigen Materials in den Granulierbehälter (1); eine Bindemittelflüssigkeits-Zufuhreinrichtung (13) zum Zuführen einer Bindemittelflüssigkeit (10) zu dem Granulierbehälter (1); einen Schlitz (4), welcher zwischen einer Innenwand des Granulierbehälters (1) und dem Randteil (2a) der rotierenden Scheibe (2) gebildet wird; eine Einrichtung (5, 6, 7) zur Einspeisung von Gas in den Granulierbehälter (1) über den Schlitz (4); und eine Einrichtung zum Drehen der rotierenden Scheibe (2); einen Sensor (18) zum Erfassen einer Lage einer Oberfläche einer Teilchenlage (M), welche von der rotierenden Scheibe (2) gestützt wird; und eine erste Positionseinstelleinrichtung (20) zum automatischen Einstellen einer Position der Bindemittelflüssigkeitszufuhröffnung (13) der Bindemittelflüssigkeits-Zufuhreinrichtung nach Maßgabe eines

Signals von dem Sensor (18).

7. Granuliertvorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung ferner eine zweite Positionseinstelleinrichtung (20) zum automatischen Einstellen der Position der Pulverzufuhröffnung (23) der Pulverzufuhreinrichtung (9) nach Maßgabe des Signals von dem Sensor (18) aufweist.

8. Granuliertvorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Positionseinstelleinrichtung und die zweite Positionseinstelleinrichtung eine einzige Betätigungseinrichtung (20) aufweisen, welche betriebsmäßig durch eine Steuerungseinrichtung (19) gesteuert wird, welche das Signal von dem Sensor (18) erhält, um synchron die beiden Positionseinstelleinrichtungen zu betreiben.

9. Granuliertvorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Sensor (18) basierend auf einem mechanischen Arbeitsprinzip arbeitet.

10. Granuliertes Erzeugnis, welches man nach dem Verfahren zum Granulieren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5 erhält.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

25

30

35

40

45

50

55

60

65

FIG. 1

